This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)



PCT

NOTIFICATION CONCERNING SUBMISSION OR TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

HAGINO, Taira Eikoh Patent Office 28th Floor, ARK Mori Building 12-32, Akasaka 1-chome Minato-ku Tokyo 100-6028 JAPON

Date of mailing (day/month/year) 23 November 1998 (23.11.98)	
Applicant's or agent's file reference P-29523	IMPORTANT NOTIFICATION
nternational application No. PCT/JP98/03817	International filing date (day/month/year) 27 August 1998 (27.08.98)
nternational publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 24 October 1997 (24.10.97)

NIPPON SHEET GLASS COMPANY, LIMITED et al

- The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the
 International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise
 indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority
 document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- 2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- 3. An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- 4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Priority date Priority application No. Country or regional Office Date of receipt
or PCT receiving Office of priority document

24 Octo 1997 (24.10.97) 9/292780 JP 20 Nove 1998 (20.11.98)

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Sean Taylor

Telephone No. (41-22) 338.83.38

SUSOT

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

THIS PAGE BLANK IUSPO,

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

Translation

O9/529990

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference P-29523	FOR FURTHER ACTION		tionofTransmittalofInternational Preliminary n Report (Form PCT/IPEA/416)		
International application No.	International filing date (day/	month/year)	Priority date (day/month/year)		
PCT/JP98/03817	PCT/JP98/03817 27 August 1998 (27.08.98) 24 October 1997 (24.10.97)				
International Patent Classification (IPC) or n B32B 27/00, G11B 7/24, G02B					
Applicant NIPPC	ON SHEET GLASS COM	PANY, LIN	MITED		
This international preliminary examinand is transmitted to the applicant action.	nation report has been prepared cording to Article 36.	l by this Interr	national Preliminary Examining Authority		
2. This REPORT consists of a total of	3 sheets, includi	ng this cover s	heet.		
This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).					
These annexes consist of a tot	al of sheets.				
3. This report contains indications relating to the following items:					
I Basis of the report					
II Priority					
Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability					
IV Lack of unity of invention					
Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement					
VI Certain documents cited					
VII Certain defects in the international application					
VIII Certain observations on the international application					
Date of submission of the demand	Date of	completion o	f this report		
07 May 1999 (07.05.9	99)	17 De	cember 1999 (17.12.1999)		
Name and mailing address of the IPEA/JP	Author	ized officer			
Facsimile No.	Teleph	оле No.			

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP98/03817

1. 1	I. Basis of the report				
1.	With	regard to	the elements of the international application:*		
	\boxtimes	the inte	mational application as originally filed		
		the des	cription:		
		pages			
		pages			
		pages		, filed with the letter of	
		the clai	ms:	·	
	_	pages		, as originally filed	
		pages		, as amended (together with any statement under Article 19	
		pages		, filed with the demand	
		pages		, filed with the letter of	
		the draw	wings:		
	_	pages	·	, as originally filed	
		pages		, filed with the demand	
		pages		, filed with the letter of	
	☐ tl	ne seque	ence listing part of the description:		
		pages		, as originally filed	
		pages		, filed with the demand	
		pages		, filed with the letter of	
3.	These	the lan the lan or 55.3 regard ninary e contain filed to furnish The st interna	to any nucleotide and/or amino acid sequence xamination was carried out on the basis of the sequence and in the international application in written form. So gether with the international application in compute and subsequently to this Authority in written form. The subsequently to this Authority in computer readal attement that the subsequently furnished written actional application as filed has been furnished.	e following language which is: International search (under Rule 23.1(b)). (under Rule 48.3(b)). It of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/ the disclosed in the international application, the international nee listing: It readable form.	
4		The or	nendments have resulted in the cancellation of:	RECEIVED	
₹.			the description, pages		
		H	the claims, Nos	AUG 0 9 2000	
			the drawings, sheets/fig	GROUP 1700	
5.			port has been established as if (some of) the amend the disclosure as filed, as indicated in the Suppleme	ments had not been made, since they have been considered to go	
	in the	is repor 10.17).	t as "originally filed" and are not annexed to t	Office in response to an invitation under Article 14 are referred to his report since they do not contain amendments (Rule 70.16	
**	'Any r	eplacen	eent sheet containing such amendments must be refe	red to under item I and annexed to this report.	

International application No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

PCT/JP98/03817

Statement			
Novelty (N)	Claims	1-16	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-16	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-16	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

Concerning claims 1-16

The subject matters of claims 1-16 are neither described in any of the documents cited in the ISR and the documents considered to relate to the present invention, nor obvious to a person skilled in the art.

特 許 協 力 条 約

発信人 日本国特許庁(国際予備審査機関)

出願人代理人

萩野 平

PCT.

あて名

T 107-6028

国際予備審査報告の送付の通知書

東京都港区赤坂一丁目12番32号 アーク森ビル28階 栄光特許事務所

(法施行規則第57条) [PCT規則71.1]

発送日

(日.月.年)

28.12.9g

出願人又は代理人の書類記号

P-29523

重要な通知

国際出願番号

PCT/JP98/03817

国際出願日 (日.月.年)

27.08.98

後先日 (日.月.年)

24.10.97

JAN. 0 4. 2000

EIKOH PATENTOFFICE

出願人(氏名又は名称)

日本板硝子株式会社

- 1. 国際予備審査機関は、この国際出願に関して国際予備審査報告及び付属書類が作成されている場合には、それらをこの 送付書とともに送付することを、出願人に通知する。
- 2. 国際予備審査報告及び付属審類が作成されている場合には、すべての選択官庁に通知するために、それらの写しを国際事務局に送付する。
- 3. 選択官庁から要求があったときは、国際事務局は国際予備審査報告(付属審類を除く)の英語の翻訳文を作成し、それをその選択官庁に送付する。

4. 注 意

出願人は、各選択官庁に対し優先日から30月以内に(官庁によってはもっと遅く)所定の手続(翻訳文の提出及び国内手数料の支払い)をしなければならない(PCT39条(1))(様式PCT/IB/301とともに国際事務局から送付された注を参照)。

国際出願の翻訳文が選択官庁に提出された場合には、その翻訳文は、国際予備審査報告の付属審類の翻訳文を含まなければならない。

この翻訳文を作成し、関係する選択官庁に直接送付するのは出願人の責任である。

選択官庁が適用する期間及び要件の詳細については、PCT出願人の手引き第Ⅱ巻を参照すること。

名称及びあて名

日本国特許庁 (IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 権限のある職員

特許庁長官

45 9633

電話番号 03-3581-1101 内線 3474

1. 文献の写しの請求について

[申込方法]

国際予備審査報告に記載された文献であって国際調査報告に記載されていない文献の 複写

特許庁にこれらの引用文献の写しを請求することができますが、日本特許情報機構でもこれらの引用文献の複写物を販売しています。日本特許情報機構に引用文献の複写物を請求する場合は下記の点に注意してください。

- (1) 特許(実用新案・意匠)公報については、下記の点を明記してください。 〇特許・実用新案及び意匠の種類
 - ○出願公告又は出願公開の年次及び番号(又は特許番号、登録番号) ○必要部数
- (2)公報以外の文献の場合は、下記の点に注意してください。 〇国際予備審査報告の写しを添付してください(返却します)。 [申込み及び照会先]
 - 〒100 東京都千代田区霞が関3-4-2 商工会館・弁理士会館ビル 財団法人 日本特許情報機構 サービス課 TEL 03-3503-3900
 - 注) 特許庁に対して文献の写しの請求をすることができる期間は、国際出願日から7年です。
- 2. 各選択官庁に対し、国際出願の写し(既に国際事務局から送達されている場合は除く)及びその所定の翻訳文を提出し、国内手数料を支払うことが必要となります。 その期限については各国ごとに異なりますので注意してください。(条約第22条、第39条及び第64条(2)(a)(i)参照)

PCT

国際予備審查報告

(法第12条、法施行規則第56条) [PCT36条及びPCT規則70]

出願人又は代理人					
国際出願番号 PCT/JP98/03817	国際出願日 (日.月.年) 27.08.98	優先日 (日.月.年) 24.10.97			
国際特許分類 (IPC) Int. Cl' B32B27/(00. G11B7/24. G02B3/00	O. G02B5/08			
出願人(氏名又は名称) 日本板硝子株式会社					
·					
1. 国際予備審査機関が作成したこの	国際予備審査報告を法施行規則第57条(P (CT36条)の規定に従い送付する。			
2. この国際予備審査報告は、この表稿	紙を含めて全部で3 ペー	ジからなる。			
この国際予備審査報告には、附属審類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属審類は、全部でページである。 -					
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。					
I X 国際予備審査報告の基礎					
Ⅱ 【 優先権					
Ⅲ					
IV 発明の単一性の欠如					
V X PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるため の文献及び説明					
VI ある種の引用文献					
VII 国際出願の不備					
Vm 国際出願に対する意見					
		·			
·					
	•	•			

I. 国際予備審3	直報告の基礎				
応答するため		れた。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に おいて「出願時」とし、本報告 には添付しない。			
区 出願時の間	国際出願書類				
明細書明細書	第 ページ、 第 ページ、 第 ページ、	出願時に提出されたもの 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの 付の審簡と共に提出されたもの			
□ 請求の範囲 請求の範囲 請求の範囲 請求の範囲	囲 第 <u>項、</u> 囲 第 <u>項、</u>	出願時に提出されたもの PCT19条の規定に基づき補正されたもの 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの付の審簡と共に提出されたもの			
図面 図面		出願時に提出されたもの 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの 付の書簡と共に提出されたもの			
明細書の配	記列表の部分 第 ページ、 記列表の部分 第 ページ、 記列表の部分 第 ページ、	出願時に提出されたもの 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの 付の書簡と共に提出されたもの			
 2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。 上記の書類は、下記の言語である 語である。 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語 PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語 					
3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。 □ この国際出願に含まれる書面による配列表 □ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表 □ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表 □ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表 □ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった □ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。					
□ 明細警□ 請求の範囲□ 図面	図面の第	ジ/図			
れるので、		が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認めら 。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上 告に添付する。)			

国際予備審査報告

国際出願番号 PCT/JP98/03817

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	水の範囲 1-16	· · · 有
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		· 有
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		有
	常の範囲	 無
	Rの範囲 <u>1-16</u>	有
請求	状の範囲	無
	·	
	Rの範囲 <u>1-16</u>	有
司	Rの範囲	無

- 2. 文献及び説明 (PCT規則70.7)
 - ・請求の範囲1-16について 請求の範囲1-16に記載された発明は、国際調査報告に表示された文献、及び、 当該発明に関連があると認められる文献に記載されておらず、かつ、当業者にとって 自明なものでもない。

PCT

e P



国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条) [PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 P-29523	今後の手続きについては、		の送付通知様式(参照すること。	PCT/ISA	A/220)
国際出願番号 PCT/JP98/03817	国際出願日 (日.月.年) 27.08		優先日 (日.月.年)	24. 10.	9 7
出願人(氏名又は名称)	日本板硝子株式会社				
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			
国際調査機関が作成したこの国際調査 この写しは国際事務局にも送付される		PCT18条)の規定に従い出	は願人に送付す	る。
この国際調査報告は、全部で 2	ページである。				· .
□ この調査報告に引用された先行	技術文献の写しも添付されて	いる。			· · ·
1. 調求の範囲の一部の調査が	ぶできない(第I欄参照)。				
 2. 発明の単一性が欠如してV	ゝる(第Ⅱ欄参照)。				
				•	,
3. □ この国際出願は、ヌクレス 査を行った。	ナチド及び/又はアミノ酸配	列リストを含	んでおり、次の面	己列リストに基	づき国際調
□ この国際出願と共に提出	出されたもの				• '
出願人がこの国際出願と	とは別に提出したもの				
□ しかし、出願時の[国際出願の開示の範囲を越え	る事項を含ま	ない旨を記載した	と書面が添付さ	れていない
□ この国際調査機関が書	臭えたもの			•	·
4. 発明の名称は 🗵 出願	質人が提出したものを承認す	る。		•	
□ 次	こ示すように国際調査機関が	作成した。			•
_	·	· 			
					•
5. 要約は 🗓 出願	質人が提出したものを承認す	る。			
	□欄に示されているように、 景調査機関が作成した。出願 国際調査機関に意見を提出す	人は、この国	際調査報告の発送		
	•				
6. 要約書とともに公表される図は、 第 <u>1(b)</u> 図とする。区 出願		•	□ なし		
□ 出業	質人は図を示さなかった。			. •	
□本図	図は発明の特徴を一層よく表	している。		•	

国院調査報告 	国際出願番号「PC1/ JP98/ U381~
A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int. Cl [®] B32B27/00、G11B7/24、G	02B3/00、5/08
B. 調査を行った分野	
調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC)) Int. Cl° B32B1/00-35/00、G11B7/ 00-5/32	/24-7/26、G02B3/00-3/14、5/
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの	
日本国実用新案公報 1926 - 1998 年	
日本国公開実用新案公報 1971 - 1998 年 日本国実用新案登録公報 1996 - 1998 年	
日本国実用新案登録公報 1996 - 1998 年 日本国登録実用新案公報 1994 - 1998 年	
	明末() → /は □ 1 → □ □ □ □ へ
国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、	脚箕に使用 した用間) ・
C. 関連すると認められる文献	
引用文献の	関連する
カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連すると	
A JP, 4-47541, A (日本板配	肖子株式会社), 1 7. 2月.
1992 (17.02.92),全文	C用X公UO, 5234/1/,
A	
C欄の続きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別紙を参照。
* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
* 引用又献のカテコリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す	「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
6 0	て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理
「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたもの	論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行	の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する	「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の15 上の文献との、当業者にとって自明である組合せ
文献(理由を付す) 「O」ロ頭による開示、使用、展示等に言及する文献	よって進歩性がないと考えられるもの
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	
国際調本を全てしたロ	国際調査報告の発送日
国際調査を完了した日 19.11.98	01.12.98
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP)	特許庁審査官(権限のある職員) 4 F 9 6 3 野村 康秀
郵便番号100-8915	
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	電話番号 03-3581-1101 内線 3431

世界知的所有権機関国 際 事 務 局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



(51) 国際特許分類6

B32B 27/00, G11B 7/24, G02B 3/00, 5/08

A1

(11) 国際公開番号

WO99/21711

(43) 国際公開日

1999年5月6日(06.05.99)

(21) 国際出願番号

PCT/JP98/03817

(22) 国際出願日

1998年8月27日(27.08.98)

(30) 優先権データ

特願平9/292780

1997年10月24日(24.10.97)

JP

(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について)

日本板硝子株式会社

(NIPPON SHEET GLASS COMPANY, LIMITED)[JP/JP] 〒541-0045 大阪府大阪市中央区道修町三丁目5番11号

Osaka, (JP)

(72) 発明者;および

(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)

仲間健一(NAKAMA, Kenichi)[JP/JP]

新毛勝秀(SHINMOU, Katsuhide)[JP/JP]

〒541-0045 大阪府大阪市中央区道修町三丁目5番11号

日本板硝子株式会社内 Osaka, (JP)

(74) 代理人

弁理士 萩野 平, 外(HAGINO, Taira et al.)

〒107-6028 東京都港区赤坂一丁目12番32号

アーク森ビル28階 栄光特許事務所 Tokyo, (JP)

(81) 指定国 US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

添付公開書類

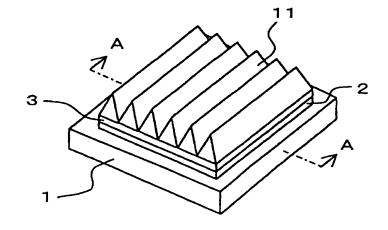
国際調查報告書

(54)Title: MULTI-LAYERED COATED SUBSTRATE AND METHOD OF PRODUCTION THEREOF

(54)発明の名称 多層被覆基板およびその製造方法

(57) Abstract

A multi-layered coated substrate having compact unevennesses on the surface thereof and having high heat resistance and high integrity; and a method of production of the substrate by the so-called "sol-gel method". The method comprises premolding each layer laminated on a substrate into a gel shape and laminating the same on the substrate by main molding. A mold for premolding each layer has various surface shapes depending on the intended applications of the multi-layered coated substrate. Because each layer is premolded into a predetermined shape, the occurrence of cracks in each layer during main molding can be effectively prevented. In main molding, the substrate and a plurality of layers laminated thereon are heated while being pressed by the mold. Therefore this method provides a multi-layered coated substrate having the surface shape of the pressing mold transferred thereto.



本発明は、表面の凹凸形状が緻密であり、かつ耐熱性と一体性とが高い多層被 覆基板およびその製造方法を提供する。

本発明では、基板上に積層される各層を、個別にゲル状にまで予め仮成形し、 このゲルを基板上に積層し本成形する。いわゆるゾルゲル法により多層被覆基板 を製造する。各層を仮成形させる型は、多層被覆基板の使用目的により様々な表 面形状を持つ。各層を一定の形状に仮成形しておくことにより、本成形での各層 のクラックの発生を効果的に防止することができる。本成形においては、基板と その上に積層される複数の層とを型で押圧しながら加熱する。したがって、押圧 する型の表面形状が転写された多層被覆基板が得られる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

R O R U

アラブ首長国連邦 アルバニア アルメニア オーストリア オーストラリア アゼルバイジャン ボズニア・ヘルツェゴビナ AM ボズニア・バルバドス ВВ ベルギー ブルギナ・ファソ ブルガリア BE ВG ベナン ブラジル ベラルーシ B J B R カナダ 中央アフリカ 中央アフリカ コンゴー スイス コートジボアール カメルーン 中国 キキアンツマーバスコー エストニア

スペイン フィンランド フランス ガボン RABDEHMNWRRU GGGGGGGGHH 英国グレナ グルジア ガニア・ビサオ ギニア・ビサオ キリシャ クロアチア ハンガリー ID LNSTPEGPRZC イタック 日本 ケニア キルギスタン 北朝鮮 位国 カザフスタン セントルシア

リヒテンシュタイン スリ・ランカ リベリア リベリア レソト リトアニア ルクセンア ラトコンア モナコン LLLLMM モナコ モルドヴァ マダガスカル マケドニア旧ユーコスラヴィア 共和国 M L M N M R M W マリーモンゴル モンゴル ニアマメニオーニア リタイコール オーラやシェンルー・ンド ルー・シャルー・ンドルー・ファインニー エボルー・マアンドルー・ファインニー MXELOZLTO PP

スーダン スウェーデン

シンガポール スロヴェニア SI SK SL スロヴァキア スロヴァキア シエラ・レオネ セネガル スワジランド チャード TG TJ TM TR タジキスタン トルクメニスタン トルクスニスタン トルコ トリニダッド・トバゴ ウカライナ ウガンダ リカンタ 米国 ウズベキスタン ヴィェトナム ユーゴリカ共和国 デンバブエ US UZ VN YU

明細書

多層被覆基板およびその製造方法

5 技術分野

10

15

20

25

本発明は、磁気もしくは光を利用する情報記録媒体または光通信などの光学部品として利用される多層被覆基板およびその製造方法に関するものである。さらに詳しくは、CD-ROMなどの情報記録媒体、または平板マイクロレンズもしくはグレーティング素子などの光学部品として利用される多層被覆基板およびその製造方法に関するものである。

背景技術

CD-ROMなどの情報記録媒体、平板マイクロレンズあるいはグレーティング素子などの光学部品は、その表面に微少な凸部を具える必要がある。この表面の微少な凸部は、情報記録媒体においては、ピットまたはトラッキングガイドとして機能し、光学部品においては、光の集束もしくは拡散を行いマイクロレンズもしくは回折格子として機能する。

これら表面の凸部を形成させるために、紫外線硬化樹脂を基板上に均一に展開し、凹部を具えた型で押圧しながら樹脂に紫外線を照射する方法(特開昭 6 3 - 4 9 7 0 2 号公報)が知られている。

・また、特開昭62-102445号公報、特開平6-242303号公報には、ガラス基板上にシリコンアルコキシドを含む溶液を塗布し、凹部を具えた型を押し当てながら加熱して凸部を形成させるいわゆるゾルゲル法による製造方法が記載されている。

その他に、特開昭63-197382号公報には、基板上に紫外線硬化樹脂を 均一に展開し、フォトレジストで形成されたパターンをマスクとして、反応性イ オンビームエッチングにより凸部を形成させる方法が記載されている。

ところが、上記従来の技術には、以下のような問題点があった。先ず、紫外線

硬化樹脂は、耐熱性が低く、250℃以上になると分解や黄変が発生する。したがって、紫外線硬化樹脂の凸部を有する基板は、はんだ付けなどの加熱加工ができず、装置などへの取り付けが難しかった。

これに対し、ゾルゲル法で形成されたシリコンアルコキシドの凸部は、耐熱性が高く、はんだ付けなどが可能である。しかし、ゾルゲル法では、厚い膜の成形ができないという問題があった。実際にゾルゲル法により、数十 μ mのシリコンアルコキシドの層を成形すると、その表面に微少なひび(以下、クラックと称する)が発生する。これは、シリコンアルコキシド溶液がゲル化および固化する際に、その層の表面と内部とで縮重合反応の進行度に差ができるため、表面に大きな応力が発生するからである。さらには、この応力が原因となって、この層と基板とが剝離する場合もあった。

また、反応性イオンビームエッチングを用いて凸部を形成させる場合は、その 製造工程が複雑で製造コストが高くなってしまう点、凸部の均一性を向上させる ことが難しい点が問題であった。さらには、このような原因から、表面面積の大 きな層を成形することが難しい点が問題であった。

本発明は、このような従来技術に存在する問題に着目してなされたものである。 その目的とするところは、耐熱性が高く、厚い層であってもその表面にクラック が発生せずかつ基板と剝離しない、また大きな面積であっても凸部が均一な層を 有する多層被覆基板を提供することにある。さらには、これらの多層被覆基板を 容易かつ安価に製造する方法を提供することにある。

発明の開示

5

10

15

20

上記の目的は、下記本発明の多層被覆基板およびその製造方法により達成された。

- 25 1. オルガノポリシロキサンを含む複数の層が積層し一体化したものであり、 その最外層が複数の凸部を具えた基板において、これら凸部の高さのばらつきが、 1 μm以下である多層被覆基板。
 - 2. 上記最外層の凸部の断面形状が、円弧、楕円孤および山形からなる群より

選ばれた少なくとも1つである前項1に記載の多層被覆基板。

3. 上記最外層の凸部に合わせて、下層も凸部を具える前項1または前項2に 記載の多層被覆基板。

- 4. 上記複数の層において、最も厚い層と最も薄い層との厚さの比が、1~5 である前項1~3のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
- 5. 上記複数の層において、各層の線膨張率が基板から最外層に向かって段階的に変化する前項1~4のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
- 6. 上記複数の層が、2層である前項1~5のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
- 10 7. 上記基板が透明体である前項1~6のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
 - 8. 上記複数の層が、基板から最外層に向かって各層の屈折率が段階的に変化する前項7に記載の多層被覆基板。
 - 9. 上記複数の層おいて、任意の層の厚さを t_x 、 その屈折率を n_x 、 透過する 光の波長を λ とする場合、
- 15 $t_x/n_x = \lambda/4$

25

の関係を充たす前項7または前項8に記載の多層被覆基板。

10. 上記複数の層おいて、最外層の屈折率がn。、中間層の屈折率がn。、最下層の屈折率がn。、基板の屈折率がn。である場合、

$$n_a/n_b = \sqrt{(n_s/n_o)}$$

- 20 の関係を充たす前項9に記載の多層被覆基板。
 - 11. 上記透過する光の波長が380~2,000nmである前項9または前項10に記載の多層被覆基板。
 - 12. 上記複数の層おいて、最外層がメチルトリエトキシシランからなり、下層がメチルトリエトキシシランもしくはテトラエトキシシランからなる前項 1~10のいずれか 1 項に記載の多層被覆基板。
 - 13. 上記オルガノポリシロキサンの溶液を基板上および型内に流し込み、これらを個別にゲル化させ、その後これらのゲルを基板上に積層し、最外層の型で押圧しながら基板と一体化させる多層被覆基板の製造方法。

14. 上記型は、任意の層が前項2または前項3に記載の形状に整形されるものである前項13に記載の多層被覆基板の製造方法。

- 15. 上記オルガノポリシロキサンの溶液をゲル化させる温度が $20 \sim 120$ であって、その後の基板とゲルの積層体とを一体化させる温度が $50 \sim 150$ である前項13または前項14に記載の多層被覆基板の製造方法。
- 16. 粘度が 1 × 1 0 '~ 1 × 1 0 'Pのゲルを積層する前項13~15のいずれか 1 項に記載の多層被覆基板の製造方法。

図面の簡単な説明

5

- 10 第1図の(a)は、最外層の凸部が錐状の山形である多層被覆基板の斜視図である。第1図の(b)は、最外層の凸部が柱状の山形である多層被覆基板の斜視図である。第1図の(c)は、A-A鎖線にしたがう断面図である。尚、図中、1はガラス板、2は最下層、3は中間層、10は凸部が錐状の山形である最外層、11は凸部が柱状の山形である最外層、である。
- 15 第2図の(a)は、最外層の凸部が半球状である多層被覆基板の斜視図である。 第2図の(b)は、最外層の凸部が半円柱状である多層被覆基板の斜視図である。 第2図の(c)は、B-B鎖線にしたがう断面図である。尚、図中、1はガラス 板、4は最下層、5は中間層、12は凸部が半球状である最外層、13は凸部が 半円柱状である最外層、である。
- 20 第3図は、最外層の凸部が半円柱状である多層被覆基板の要部断面図である。 尚、図中、1はガラス板、4は最下層、5は中間層、13は凸部が半円柱状であ る最外層、Lは凸部の高さ、である。

第4図の(a)は、ガラス板にオルガノポリシロキサンの溶液を塗布した状態の概要図である。尚、図中、1はガラス板、4は最下層、である。

25 第4図の(b)は、中間球面型にオルガノポリシロキサンの溶液を塗布した状態の概要図である。尚、図中、30は中間球面型(中間層の型)、5は中間層、である。

第4図の(c)は、球面型にオルガノポリシロキサンの溶液を塗布した状態の

概要図である。尚、図中、31は球面型(最外層の型)、13は凸部が半円柱状である最外層、Dは型に注がれた溶液の最も厚い部分、である。

第5図の(d)は、仮成形されたゲルを積層し、本成形させる際の概要図である。尚、図中、1はガラス板、4は最下層、5は中間層、13は凸部が半円柱状である最外層、31は球面型(最外層の型)、である。

第5図の(e)は、本成形後、複数の層が一体化した多層被覆基板の断面図である。尚、図中、1はガラス板、40は一体化した複数の層、Hは一体化した複数の層の厚さ、である。

10 発明を実施するための最良の形態

5

15

20

25

以下、本発明の実施形態について詳細に説明する。

本発明は、基板上に複数の層を積層し、基板と複数の層とを一体化させ、その最外層に複数の凸部を設けるものである。この複数の凸部は、高さのばらつきが小さく、均一性が極めて高い。この凸部の高い均一性は、高さのみならず外形全般について同様である。すなわち、凸部の幅や奥行きも均一性が高い。さらには、この凸部および複数の層に発生する内部応力もしくは成分濃度に関しても均一性が高い。したがって、複数の層と一体化した基板すなわち多層被覆基板は、それぞれの用途において、極めて高い性能を発揮する。すなわち、この多層被覆基板は、均一な性能のマイクロレンズを多数具えた、極めて精度の高い平板マイクロレンズアレイとなりうる。あるいは、分解能力が極めて高い回折格子になりうる。複数の層において、最外層とは、基板を基準として最も上にある表層をいい、また下層とは、最外層以外の層をいう。さらに、この下層は、基板に接する最下層とそれ以外の中間層とからなる。

この多層被覆基板は、ゾルゲル法により形成される。まず、各層は、オルガノポリシロキサンを含む溶液が個別にそれぞれの型に注がれ、加熱もしくは減圧されることにより、ゲル状に仮成形される。このとき、最下層を形成する溶液は、基板上に直接注がれてもよい。つぎに、ゲル状の各層は、型から抜かれ、基板の上に積層される。そして、この積層ゲルは、最外層の型で基板に押圧されながら

加熱され、基板と一体化される。

5

10

15

20

25

この基板上の積層ゲルを加熱することにより、オルガノポリシロキサンの縮重合反応が完了する。すなわち、ゲルが完全に固化し、多層被覆基板が形成される。この再度の加熱の際に、積層ゲルを最外層の型で基板に押圧することにより、この型の表面形状を最外層に転写することができる。したがって、この型の表面形状がそのまま最外層に写し取られることになる。また、この型の表面形状を変更することにより、最外層の凸部の形状を様々に調節することができる。

本発明の特徴は、ゾルゲル法を用いて、各層を個別にゲル状に仮成形し、その後に各層を積層し、多層被覆基板を製造する点にある。ゾルゲル法を用いた多層被覆基板の製造方法は、従来から知られていた(特開平6-242303号)。しかし、従来の製造方法は、基板の上に各層の構成成分を溶液もしくはゾルで展開し、型で押圧しながら加圧加熱し、層を一気に形成させるものであった。そして、完全に固化した層の上に、さらに溶液もしくはゾルを注ぎ、上層を形成させていた。

このように各層を順次形成させる方法は、製造工程が長くなるので、コスト上 昇の要因となり、実生産には不適であった。また、この方法は、下層が完全に硬 化してから、次の層を注入するので、型と溶液もしくはゾルとの間に不要な空気 が入り易く、多層被覆基板の寸法精度が高くなかった。

これに対して、本発明は、ゲル状で各層を積層するので、多層被覆基板の製造工程が短く、かつその寸法精度が極めて高くなる。具体的には、本発明による最外層の凸部の高さのばらつきは、 $1~\mu$ m以下である。ここで、最外層の凸部の高さとは、第 3~ 図に示す距離 L である。

この最外層の凸部は、この層の断面において、円弧、楕円弧もしくは山形からなる群より選ばれた少なくとも1つの形状を有するものであることが好ましい。ここで、層の断面において円弧もしくは楕円弧とは、第2図(a)に示すように最外層に半球状の突起物が並んだもののほか、第2図(b)のような半円柱状のものも含まれる。また、この層の断面において山形とは、第1図(a)に示すような錐状体のほか、第1図(b)に示すような柱状も含まれる。

最外層の凸部の形状を変えることにより、多層被覆基板に様々な機能を付与することができる。例えば、多層被覆基板を光学部品として使用する場合は、第2図(a)もしくは(b)に記載の凸部を設けることにより、これに平板マイクロレンズアレイとしての機能を付与することができる。同様に、第1図(a)もしくは(b)に記載の形状の凸部を設けることにより、多層被覆基板にグレーティングレンズとしての機能を付与することができる。このように、上記最外層の凸部の形状は、その目的に応じて変更することができる。そして、本発明の多層被覆基板は、それらの目的を高い次元で達成することができる。

5

10

15

20

25

上述のように多層被覆基板の製造にはゾルゲル法を用いるが、ゾルゲル法の特徴として、厚い層を成形し難いという点が挙げられる。これは、層が厚くなるにしたがって、層の表面と内部との縮重合反応の進行度の差が大きくなり易いことに起因する。すなわち、ゾルゲル法では、金属アルコキシドが縮重合する反応の進行にしたがって、層が順次、溶液→ゾル→ゲル→固体へと変化する。この縮重合反応が進行するにしたがって、水が発生する。そして、この水が飽和した状態においては、縮重合反応が進行し難くなる。層の表面は、縮重合反応で発生した水を外部に放出できるので、水が飽和し難く、縮重合反応が進行し易い。これに対し、層の内部は、縮重合反応により発生した水が滞留するので、飽和状態になり易い。すなわち、層の内部は、縮重合反応が進行し難く、固化し難い。

したがって、層の内部の縮重合反応が進行していなくても、層の表面はゲル化もしくは固化してしまうので、層の表面に引張り応力が発生する。これにより、層の表面にクラックが発生し易くなる。この引張り応力は、層の厚さが厚くなるにしたがって、大きくなる傾向にある。このため、ゾルゲル法では、層の厚いものが製造できない。実際にゾルゲル法で、 $3~\mu$ m厚のテトラアルコキシシランの層を、ゾルから直接固化させた場合、その表面にクラックが発生する。また、 $2~0~\mu$ m厚のメチルトリアルコキシシランの層を、ゾルから直接固化させた場合、その表面にクラックが発生する。

最外層の凸部を大きくすることができれば、多層被覆基板に新たな特徴を付加 することができる。例えば、多層被覆基板をレンズアレイとして利用する場合、

焦点距離を短くすることができる。また、グレーティング素子として利用する場合、周期構造が粗なエシェル格子やエシェレット格子を製造できる。情報記録媒体として利用する場合には、多層記録といった機能を付与できる。

最外層の凸部を大きくし、多層被覆基板に上記機能を与えるために、最外層の 形状に合わせて、下層にも凸部を設けることが好ましい。これは、具体的には、 第1図(c)もしくは第2図(c)に示す態様をいう。このように下層に凸部を 設けることにより、各層の厚さを厚くすることなく、凸部の大きい多層被覆基板 を得ることができる。すなわち、各層表面のクラックの発生を防ぐと同時に、最 外層に大きな凸部を具える多層被覆基板を製造することができる。

5

15

20

25

10 この多層被覆基板の各層は、ゲル状の仮成形時に、凸部を形成されることが好ましい。これは、各層の成形型に凹部を設けることで達成される。

仮成形された各層は、ゲル状で積層され、その後最外層の型で加圧され、加熱されて固化する。積層基板全体として厚くても、積層により各層自体を薄くすることができる。したがって、各層は、その表面と内部とで縮重合反応の進行度に差ができ難く、応力が発生し難い。すなわち、各層をゲル状で積層することにより、各層の表面には、クラックが発生し難くなる。

上記複数の層において、最も厚い層と最も薄い層との厚さ比すなわち(最も厚い層の厚さ)/(最も薄い層の厚さ)は、 $1\sim5$ であることが好ましい。ここで、層の厚さとは、溶液もしくはゾルが型に注がれた段階における最も厚い部分、すなわち第4図(c)に示すDの部分である。厚さ比がこの範囲内にある場合は、ゲル化および固化における縮重合反応の進行度にばらつきができ難い。したがって、各層の厚さが近い範囲にあるので、多層被覆基板全体において均一な層を製造することができる。これにより、各層にクラックが発生し難くなる。この比のさらに好ましい値は、 $1\sim1$. 2であり、最も好ましい値は1であって、すべての層が同じ厚さであることが最適である。

この複数の層において、各層の厚さは、特に限定されるものではないが、 $0.1\sim20~\mu\text{m}$ であることが好ましい。各層の厚さが $20~\mu\text{m}$ よりも厚くなると、 $0.1~\mu\text{m}$ より薄くなると、最外層およ

び下層の凸部を成形し難くなり、製造上問題がある。

5

10

15

20

25

上記最外層の凸部の高さは、特に限定されるものではないが、 $0.1\sim40\mu$ mであることが好ましい。ここで、凸部の高さとは、第3図におけるLをいう。これは、この値が 0.1μ mより小さくなると、凸部の機能が発揮し難くなる。すなわち、光学レンズに使用する場合は、 0.1μ m以下になると光の集束もしくは拡散性能が低くなり、レンズとしての機能を発揮し難くなる。反対に、この値が、 40μ mより大きくなると、製造過程において表面にクラックが発生し易くなる。

複数の層は、その成分が各層同じあってもよいし、それぞれに異なっていてもよい。各層の成分が同じ場合は、均一で厚い被覆層を具えた多層被覆基板を得ることができる。対して、各層の成分を変更すると、多層被覆基板に様々な性質を付加することができる。

例えば、オルガノポリシロキサンに、チタン、ジルコニウム、アルミニウム、鉛、タンタルなどの金属の酸化物を加えることにより、その層の屈折率を高くすることができる。また反対に、屈折率を低くするには、オルガノポリシロキサンに、ボロン、フッ素などを加えることで実現できる。このように各層の屈折率を変えることにより、多層被覆基板を光学部品として使用する場合、光の集束もしくは拡散特性を自由に調節できるようになる。

また、オルガノポリシロキサンにおける有機性官能基の比率を調節することにより、各層に新たな機能を持たせることができる。ここで、有機性官能基とは、メチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-(β アミノエチル) $-\gamma-$ アミノプロピル、フェニルまたはクロロフェニル基などである。例えば、この有機性官能基の重量率が高いオルガノポリシロキサンからなる層は、この重量率の低い層よりも脆性が抑制され、その表面にクラックが発生し難い。ただし、有機性官能基の重量率が高くなりすぎると、多層被覆基板の耐熱性が悪くなる。したがって、オルガノポリシロキサンにおける有機性官能基の重量率は、 $20\sim60$ 重量%が好ましい。

多層被覆基板において、上述のように各層の成分を変更すると、各層の線膨張

率が変化する。この線膨張率は、基板から最外層に向かって段階的に変化することが好ましい。すなわち、各層の線膨張率が段階的に変化することにより、この基板が熱に曝されても、各層が剝離しに難くなる。つまり、多層被覆基板の耐熱性が高くなる。

また、隣接層間の線膨張率の差は、 $\pm 5 \times 10^{-6}$ mm/ $^{\circ}$ Cであることが好ましい。 この範囲にあるときに、多層被覆基板は、300 $^{\circ}$ Cに加熱されても層間剝離を起 こさない。すなわち、このような多層被覆基板は、はんだ付けにも耐えられる。

5

20

25

また、複数の層は、2層であることが好ましい。層の数が少ないほど、製造工 数が少なくなるからである。

基板の種類は、特に限定されるのもではないが、ガラスなどの透明体であることが好ましい。透明体を基板に持つ多層被覆基板は、レンズもしくは透過型回折格子としての機能を発揮することができる。対して、基板が不透明な場合は、反射型回折格子、反射型フレネルリフレクタ、もしくはCD-ROMなどの情報記録媒体としての利用が適当である。例えば、アルミニウム基板などがこれに当たる。

さらに、多層被覆基板をレンズあるいは回折格子とする場合は、上述のように 各層の成分を変更し、その屈折率を最下層から最外層に向けて段階的に変えるこ とが好ましい。例えば、最下層から最外層に向けて屈折率が段階的に高くなると、 光の集束がよくなり、レンズの集光性能が高くなる。また、内部反射による迷光 が減り、光の分解能が高くなるので、回折格子としての性能が高くなる。

また、この多層被覆基板を光学素子として使用する場合は、 $t_x/n_x = \lambda/4$ の関係が充たされていることが好ましい。ここで、 t_x は任意の層の厚さであり、 n_x はその層の屈折率であり、 λ はその層を透過する光の波長である。この条件が充たされている多層被覆基板は、光の内部反射量が極めて少なくなる。したがって、この条件を充たす各層を有する多層被覆基板は、レンズあるいは回折格子としての高い機能を発揮することができる。使用する光の波長が決まっているのであれば、この式にしたがうことにより、各層の厚さと屈折率との最適値を求めることができる。

さらには、最下層の屈折率をn。、中間層の屈折率をn。、最外層の屈折率をn。、基板の屈折率をn。とする場合、多層被覆基板は、

 $n_a/n_b = \sqrt{(n_s/n_o)}$

5

10

15

20

25

の関係を充たすことが好ましい。なお、この関係式において、n₂≥n₀であれば、 さらに好適である。この関係を充たす多層被覆基板は、通常光学素子表面に成膜 される無反射コーティングでは防止できない反射光も取り除くことができる。

多層被覆基板を光学素子として使用する場合、使用する光は、その波長が380~2,000nmであることが好ましい。この範囲の波長には、可視光と赤外光とが含まれるので、この多層被覆基板の汎用性が極めて高くなる。したがって、可視光であれば、液晶プロジェクタの液晶窓への集光レンズ、赤外光であれば、通信用のレーザもしくはLEDと光ファイバとの結合レンズとして、この多層被覆基板を使用することができる。

多層被覆基板の各層は、オルガノポリシロキサンを含むものであればその材料を特に限定されないが、最外層がメチルトリエトキシシランからなることが好ましい。メチルトリエトキシシランは、有機性官能基の重量率が比較的高く、層の仮成形および固化においてその表面にクラックが発生し難い。すなわち、メチルトリエトキシシランを最外層に用いることにより、多層被覆基板の不良品発生率を低く抑えることができる。また、メチルトリエトキシシランからなる層は、その骨格であるSi-O結合すなわち共有結合の比率が高いので、耐熱性がよい。したがって、メチルトリエトキシシランを最外層と下層とに用いることにより、クラックが発生し難くかつ耐熱性のよい多層被覆基板を製造することができる。

また、最外層にメチルトリエトキシシラン、下層にテトラエトキシシランを用いることにより、多層被覆基板全体の一体性を高めることができる。これは、基板にガラス板を用いる場合、テトラエトキシシランの性質が、ガラス板とメチルトリエトキシシランの中間であることによる。ここで、中間の性質とは、具体的には屈折率と線膨張率とを指す。すなわち、下層(テトラエトキシシラン)の屈折率と線膨張率とが、基板(ガラス板)と最外層(メチルトリエトキシシラン)

1 1

との中間であることにより、基板、下層および最外層の接着性が向上し、多層被 覆基板全体としての一体性が高まる。

上述のように、本発明は、オルガノポリシロキサンを含む溶液を基板上もしくは型内に流し込み、各層を個別にゲル状まで仮成形し、このゲルを積層し基板と一体化させることを特徴とする。ここで、仮成形後積層時のゲルの粘度は、1×10⁴~1×10⁶Pの範囲であることが好ましい。粘度がこの範囲の場合は、積層作業ではゲルは変形しないが、その後の最外層の型の押圧によっては、ゲルの変形が可能である。

5

10

15

20

25

本発明の製造方法は、各層をゲル状で積層し、その後最外層の型でこれらの層を押圧し密着させるので、基板と層あるいは層と層との間に隙間ができ難い。これも、本発明の製造方法の利点である。

上述のようにゾルゲル法においては、表面のクラックの発生を防止するために、各層は薄い方が好ましい。しかしながら、多層被覆基板は、大きな凸部を具える必要がある。これは、多層被覆基板が大きな凸部を具えることにより、新たな性能を具えることができるからである。例えば、多層被覆基板がレンズアレイに使用される場合、凸部が大きいことにより焦点距離を短くすることができる。

したがって、層の厚さは薄くかつ凸部は大きくという相反する要件を充たすために、最外層の凸部の形状に合わせて、下層にも凸部を設けることが好ましい。下層に凸部を設ける具体的方法として、第4図および第5図に記載の方法が挙げられる。この方法は、オルガノポリシロキサンの溶液を、窪みができるように、型内に少な目に注ぐことが特徴である。この窪みと凸部を具えた各層を積層することにより、各層の厚さは薄くかつ凸部は大きくという要件を充たすことができる。

溶液もしくはゾル状をゲルに仮成形する硬化温度は、 $20 \sim 120$ であることが好ましい。これは、20 で以下では加水分解、縮重合反応が進行し難くなり、120 で以上では、反応が早すぎてゲル状で反応を一度停止することが困難だからである。この仮成形時において、反応が進行しすぎた場合、層同士の接着強度が落ち、多層被覆基板の耐熱性が悪くなる。

そして、その後これらのゲルを積層し、積層ゲルを基板と一体化(固化)させる。その時の温度は、 $50\sim150$ ℃であることが好ましい。これは、50 ℃以下では固化に要する時間が非常に長くなり、150 ℃以上では、反応が急速に進行するため、各層の表面にクラックが発生し易くなるからである。

5

20

実施例

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに具体的に説明する。なお、 本発明は、以下の実施例に限定されるものではない。

多層被覆基板の製造方法は、概略以下の手順で行われる。①オルガノポリシロ キサン溶液を製造する→②この溶液を型に塗布する→③各層を仮成形(ゲル化) させる→④このゲルを基板上に積層する→⑤積層ゲルと基板とを一体化させる。 そして、上記手順により製造された多層被覆基板を、各種の性能試験で評価した。 (多層被覆基板の製造方法)

①オルガノポリシロキサン溶液を製造する

15 テトラエトキシシラン 6 4 gをエタノール 1 4 gに混合した。この溶液を濃度 0.2 重量%の希塩酸(水溶媒) 2 2 gと混合し、濃度 6 4 重量%、100 gの テトラエトキシシラン溶液を製造した。これを溶液 1 とする。

つぎに、メチルトリエトキシシラン60gをエタノール16gに混合した。この溶液を濃度0.2重量%の希塩酸(水溶媒)24gと混合し、濃度60重量%、100gのメチルトリエトキシシラン溶液を製造した。これを溶液2とする。

また、100gの溶液 1 にチタンノーマルブトキシド 26gを混合し、20 TiO₂・<math>80SiO₂を得た。これを溶液 3 とする。

②溶液を型に塗布する

上記の溶液を、基板上および型に塗布した。

25 まず、溶液 1 ~ 3 のいずれかを第 4 図 (a) に示すように、ガラス板 1 の上に スピンコーティング法により塗布した。ここで、スピンコーティング法の代わり に、ディップコーティング法を用いてもよい。この溶液が塗布されたガラス板を 室温 (26℃)で30分間放置し自然乾燥させ、溶液がガラス板上で所望の厚さ

になるように調節した。この所望の厚さは、各層の溶液の種類により異なる。なお、各層の厚さ t_x は、 $H_e - N_e$ レーザの波長 $\lambda = 0$. 6 3 μ m と固化した層の屈折率 n_x とにより、 $t_x = \lambda / 4 \times n_x$ で算出される。このガラス板に接した層が、多層被覆基板の最下層となる。

5

10

15

20

25

同様に、前記溶液 $1\sim3$ のいずれかを最外層の型に、スピンコーティング法により塗布した。上記同様、スピンコーティング法の代わりに、ディップコーティング法を用いてもよい。この塗布溶液を室温(26 °C)で30 分間自然乾燥させた。最外層の型は、曲率半径 50 μ m、深さ25 μ mの略球面弧の凹部を複数有するNi型(以下、球面型と称する)と、ピッチ 4 μ m、深さ2 μ m、頂角 45 °の V溝を複数有するNi型(以下、V溝型と称する)との2 種類を用いた。なお、上記球面型を第4 図(2 C)に示す。

最外層の型に塗布された溶液は、その凹部に入り込み、多層被覆基板の最外層 の凸部を形作る。

また、中間層は、最外層の凸部の形状に合わせて、最外層の凸部より小さい凸部を具えるように形成された。すなわち、中間層の型は、中間層の凸部が最外層の凸部と同じ位置に形成されるように、凹部を具える。本実施例では、3層に積層された多層被覆基板を製造するので、中間層は1層である。したがって、最外層の型が球面型の場合は、中間層の型に、曲率半径25 μ m、深さ12.5 μ mの凹部を具えたもの(以下、中間球面型と称する)を使用した。この中間球面型を第4図(b)に示す。中間層の数が多くなる場合は、基板から最外層に向かって段階的に凹部が大きく深くなる中間層の型を使用することで、本発明の効果を発揮できる。

ただし、最外層の型がV溝型の場合は、V溝が浅いので、中間層は、凸部を具えていなくても構わない。また、凸部を具えていない中間層の方が、離型し易いという利点がある。したがって、本実施例では、最外層の型にV溝型を使用する場合は、ポリカーボネートの平板を中間層の型として用いた。

中間層を成形するために、溶液 1~3のいずれかを中間球面型もしくはポリカーボネート板に、スピンコーティング法により塗布した。この溶液を室温(26)

1 4

℃)で30分間自然乾燥させ、所望の厚さとなるように調節した。

③各層を仮成形させる

5

15

25

溶液を塗布したガラス板や型を、真空チャンバー中に配置し、減圧下で所定の温度に昇温して、仮成形した。仮成形時の背圧は、 1×1 0^{-4} mmHgで、時間は3 0 分であった。また、仮成形時温度は、0 ラックの発生を防止するため、溶液0 1 または溶液0 の場合は0 で、溶液0 の場合は0 でとした。これらの仮成形条件は、各層毎に最適な条件を選択した。そして、ゲルの粘度は0 1 0 1 Pとした。

④ゲルを基板上に積層する

10 中間層のゲルを離型し、これをガラス板上の最下層のゲル上に積層した。さらに、型に入ったままの最外層のゲルと前記積層ゲルとを接触させた。

⑤積層ゲルと基板とを一体化させる

前記最外層のゲルと積層ゲルとを、最外層の型で押圧しながら、減圧加熱して本成形した。本成形時の背圧は、 1×10^{-4} mmHgで、時間は120分であった。また、最外層の押圧力は $2 \sim 2$. 5 kg f/cm^2 で、温度は、溶液1または溶液3の場合80°C、溶液2の場合120°Cとした。

(多層被覆基板の性能評価)

(凸部の高さのばらつき測定)

多層被覆基板の最外層表面の任意の 1 0 mm角をサンプリングし、レーザ顕微鏡 20 を用いて凸部の高さを測定した。

(耐熱性試験)

多層被覆基板を300℃で2時間保持し、その後室温に戻して、クラックあるいは層間剝離の発生を目視により観察した。

(光学特性測定)

上記耐熱性試験の前後で、He-Neレーザを用いて、回折格子の回折パターン、マイクロレンズの集光性能を測定し、その変化をみた。また、He-Neレーザを用いて、入射角約6°で基板表面へレーザを照射した。そして、その反射総量から基板表面でのフレネル反射計算値を算出し、その値を差し引くことによ

り、基板内部での反射量を算出し、その変化を評価した。さらに、アッベ屈折率計を用いて、型平坦部におけるd線の屈折率を測定し、その変化を評価した。 (実施例1)

ソーダライムガラス板(基板)、ポリカーボネート板(中間層の型)および V 溝型(最外層の型)それぞれに、固化したときの厚さが $2~\mu$ mになるように溶液 1 を塗布し、仮成形を行った。ここで、 V 溝型における $2~\mu$ mは、仮成形後のゲルの最も厚い部分であり、第 4 図(c)におけるDである。また、本成形時における V 溝型の押圧力は、 $2~kgf/cm^2$ であった。

以上の条件で製造された多層被覆基板は、透明であり、複数の層の厚さ 6 μm、 屈折率 1.3 9 であった。この多層被覆基板は、回折格子として利用可能である。 また、この多層被覆基板の凸部の高さのばらつきは、 0.7 μmであった。 耐熱 性試験の結果、この多層被覆基板にクラックまたは層間剝離は発生しなかった。 さらに、光学特性測定の結果、回折パターン、内部反射量および屈折率に変化は 見られなかった。

15 なお、この多層被覆基板は、各層の成分が同じため、ゲルで積層された面が分からなかった。すなわち、複数の層は全く一体化していた。

(実施例2)

5

10

20

25

ソーダライムガラス板、中間球面型および球面型それぞれに、固化したときの厚さが $1.7~\mu$ mになるように溶液 2.8 を塗布し、仮成形を行った。ここで、前記 $1.7~\mu$ mは、仮成形後のゲルの最も厚い部分の厚さである。また、本成形における球面型の押圧力は、 $2.5~kgf/cm^2$ であった。実施例 2.08 の多層被覆基板の製造工程を第 4 図および第 5 図に示す。

以上の条件で製造された多層被覆基板は、透明であり、複数の層の厚さ 50μ m、屈折率 1.45であった。ここで、複数の層の厚さとは、第 5 図(e)における Hである。この多層被覆基板はマイクロレンズとして機能し、その焦点距離が 105μ mであった。また、この多層被覆基板の凸部の高さのばらつきは、 0.4μ mであった。耐熱性試験の結果、多層被覆基板にクラックまたは層間剝離は発生しなかった。光学特性測定の結果、集光性能、内部反射量および屈折率

に変化は見られなかった。

なお、この多層被覆基板は、各層の成分が同じため、ゲルで積層された面が分からなかった。すなわち、複数の層は全く一体化していた。

(実施例3)

15

20

25

国折率が1.70の光学ガラス板に、固化したときの厚さが0.24μmになるように溶液3を塗布した。また、ポリカーボネート板に、固化したときの厚さが2μmになるように溶液1を塗布し、これらを個別に仮成形した。実施例3では、実施例1および実施例2と異なり、最外層の型すなわち球面型もしくはV溝型を使用しなかった。したがって、製造される多層被覆基板は、光学ガラス板上の積層が2層であった。また、本成形時において、ポリカーボネート板を光学ガラス板に圧力2kgf/cm²で押圧して、多層被覆基板を製造した。

以上の条件で製造された多層被覆基板は、複数の層の厚さ 2 μmであった。耐熱性試験の結果、多層被覆基板にクラックまたは層間剝離は発生しなかった。また、光学特性測定の内、内部反射量の測定のみ行った。その結果、内部反射量は、0.1%以下で、加熱前後でその値に変化は見られなかった。

実施例1~3の条件と結果とを、以下の表1にまとめる。

表 1

項目	実施例 1	実施例 2	実施例3
最外層の型	V 溝型	球面型	_
層の厚さ(μm)	6	5 0	2
屈折率	1.39	1. 45	1.51
押圧力(kgf/cm²)	2	2. 5	2
凸部のバラツキ(μm)	0. 7	0.4	
耐熱性試験	変化なし	変化なし	変化なし
光学特性	変化なし	変化なし	変化なし

以上の実施例により、以下のことが判る。本発明のオルガノポリシロキサンを 含む複数の層を有する多層被覆基板は、耐熱性が高く、変色および層間剝離など の性能変化が発生しない。

産業上の利用可能性

5

10

15

20

25

本発明は、以上のように構成されているため、次のような効果を奏する。

前項1に記載の発明の多層被覆基板によれば、オルガノポリシロキサンを含む 複数の層が積層し一体化したものであり、その最外層が複数の凸部を具えた基板 において、この凸部の高さのばらつきが、1 μm以下であるので、性能の高い情 報記録媒体および光学部品を得ることができる。

前項2に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1に記載の発明の効果に加え、上記最外層の凸部の断面が、円弧、楕円孤および山形からなる群より選ばれた少なくとも1つであるので、多層被覆基板をさまざなな用途に使用することができる。

前項3に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1または2に記載の発明の効果に加え、最外層の凸部に合わせて、下層も凸部を具えるので、各層のクラックの発生を防止することができる。

前項4に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1~3のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、任意の各層の厚さの比が1~5であるので、各層の性質が近く、クラックの発生をより効果的に抑制することができる。

前項5に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1~4のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、各層の線膨張率が基板から最外層に向かって段階的に変化するので、多層被覆基板の一体性を高めることができる。

前項6に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1~5のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、積層が2層であるので、製造工程を短くすることができる。

前項7に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1~6のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、基板が透明体であるので、多層被覆基板を高性能な光学部品として使用することができる。

前項8に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項7に記載の発明の効果に加え、基板から最外層に向かって複数の層の屈折率が段階的に変化するので、多層被覆基板の光学部品としての性能をさらに高めることができる。

前項9に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項7または前項8に記載の発明の効果に加え、任意の層の厚さを t_x 、その屈折率を n_x 、透過する光の波長を λ とする場合、

$$t_x/n_x = \lambda/4$$

5 の関係を充たすので、多層被覆基板の内部反射を防止することができる。

前項10に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項9に記載の発明の効果に加え、最外層の屈折率がn。、中間層の屈折率がn。、最下層の屈折率がn。、基板の屈折率がn。である場合、

$$n_a/n_b = \sqrt{(n_s/n_o)}$$

15

20

25

10 の関係を充たすので、多層被覆基板の内部反射をさらに効果的に防止することができる。

前項11に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項9または前項10に記載の発明の効果に加え、透過する光の波長が380~2,000mであるので、多層被覆基板を光学部品として幅広い範囲で使用できる。

前項12に記載の発明の多層被覆基板によれば、前項1~10のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、最外層がメチルトリエトキシシランからなり、下層がメチルトリエトキシシランもしくはテトラエトキシシランからなるので、多層被覆基板の耐熱性と一体性とを高めることができる。

前項13に記載の発明の多層被覆基板の製造方法によれば、オルガノポリシロキサンの溶液を基板上および型内に流し込み、これらを個別にゲル化させ、その後これらのゲルを基板上に積層し、最外層の型で押圧しながら基板と一体化させるので、各層表面にクラックを発生させることなく、最外層の凸部の寸法精度の高い多層被覆基板を製造することができる。

前項14に記載の発明の多層被覆基板の製造方法によれば、前項13に記載の発明の効果に加え、任意の層が前項2または前項3に記載の形状に整形される型を使用するので、最外層の凸部が大きい多層被覆基板を製造することができる。

前項15に記載の発明の多層被覆基板の製造方法によれば、前項13または前項14 に記載の発明の効果に加え、オルガノポリシロキサンの溶液をゲル化させる温度

が $2 \ 0 \sim 1 \ 2 \ 0 \sim 0 \sim 0$ であって、その後の基板とゲルの積層体と一体化させる温度が $5 \ 0 \sim 1 \ 5 \ 0 \sim 0 \sim 0$ であるので、各層にクラックを発生させることなく、能率良く多層被覆基板を製造することができる。

前項16に記載の発明の多層被覆基板の製造方法によれば、前項13~15のいずれか1項に記載の発明の効果に加え、 1×1 0 4 ~ 1×1 0 6 Pのゲルを積層するので、積層する際にゲルの変形がなく、かつ基板と複数の層とが密着した多層被覆基板を容易に製造することができる。

5

請求の範囲

- 1. オルガノポリシロキサンを含む複数の層が積層し一体化したものであり、その最外層が複数の凸部を具えた基板において、
- 5 これら凸部の高さのばらつきが、1μm以下である多層被覆基板。
 - 2. 上記最外層の凸部は、その断面形状が、円弧、楕円孤および山形からなる群より選ばれた少なくとも1つである請求の範囲第1項に記載の多層被覆基板。
 - 3. 上記最外層の凸部に合わせて、下層も凸部を具える請求の範囲第1項または第2項に記載の多層被覆基板。
- 10 4. 上記複数の層において、最も厚い層と最も薄い層との厚さの比は、1~5 である請求の範囲第1項~第3項のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
 - 5. 上記の複数の層において、各層の線膨張率は、基板から最外層に向かって 段階的に変化する請求の範囲第1項~第4項のいずれか1項に記載の多層被覆基 板。
- 15 6. 上記の複数の層は、2層である請求の範囲第1項~第5項のいずれか1項 に記載の多層被覆基板。
 - 7. 上記基板が透明体である請求の範囲第1項~第6項のいずれか1項に記載の多層被覆基板。
- 8. 上記複数の層は、基板から最外層に向かってその屈折率が段階的に変化す 20 る請求の範囲第7項に記載の多層被覆基板。
 - 9. 上記複数の層において、任意の層の厚さを t_x 、 その屈折率を n_x 、 透過する光の波長を λ とする場合、

$$t_x/n_x = \lambda/4$$

の関係を充たす請求の範囲第7項または第8項に記載の多層被覆基板。

25 10. 上記複数の層において、最外層の屈折率がn。、中間層の屈折率がn。、 最下層の屈折率がn。、基板の屈折率がn。である場合、

$$n_a/n_b = \sqrt{(n_s/n_o)}$$

の関係を充たす請求の範囲第9項に記載の多層被覆基板。

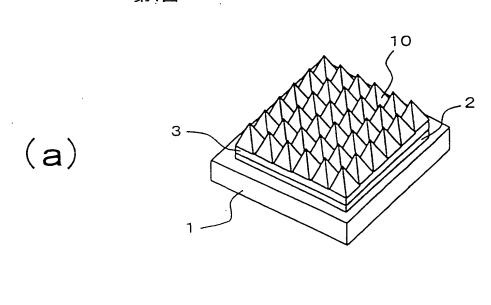
11. 上記透過する光は、その波長が380~2,000nmである請求の範囲 第9項または第10項に記載の多層被覆基板。

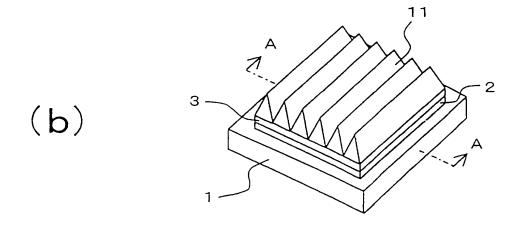
12. 上記複数の層において、最外層がメチルトリエトキシシランからなり、 下層がメチルトリエトキシシランもしくはテトラエトキシシランからなる請求の 範囲第1項~第10項のいずれか1項に記載の多層被覆基板。

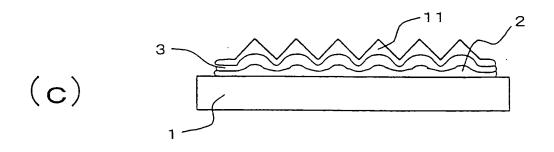
5

- 13. 上記オルガノポリシロキサンの溶液を基板上および型内に流し込み、これらを個別にゲル化させ、その後これらのゲルを、基板上に積層し最外層の型で押圧しながら基板と一体化させる多層被覆基板の製造方法。
- 14. 上記型は、任意の層が請求の範囲第2項または第3項に記載の形状に整 10 形されるものである請求の範囲第13項に記載の多層被覆基板の製造方法。
 - 15. 上記オルガノポリシロキサンの溶液をゲル化させる温度が $20 \sim 120$ \mathbb{C} であって、その後の基板とゲルの積層体とを一体化させる温度が $50 \sim 150$ \mathbb{C} である請求の範囲第 13 項または第 14 項に記載の多層被覆基板の製造方法。
- 16. 粘度が1×10⁴~1×10⁶Pのゲルを積層する請求の範囲第13項~ 15 第15項のいずれか1項に記載の多層被覆基板の製造方法。

第1図

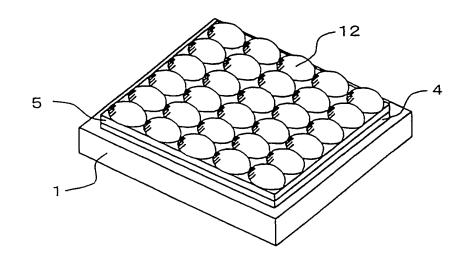




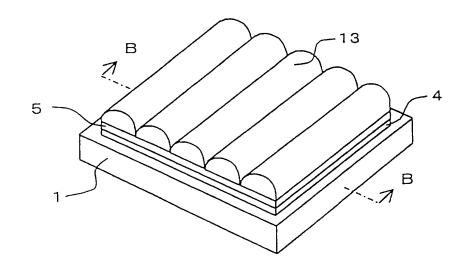


第2図

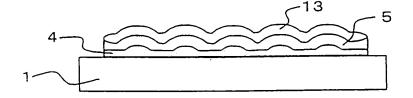
(a)



(b)

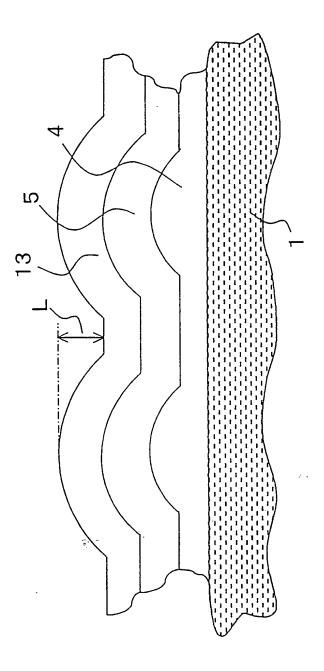


(c)

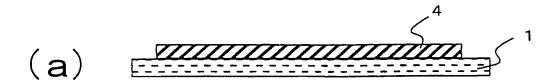


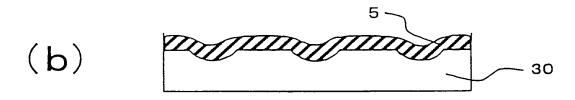
ANS PAGE BLANK (USPTO,

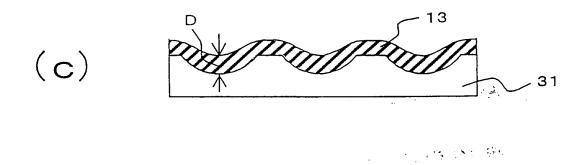
第3図



第4図

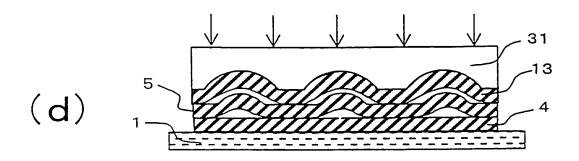


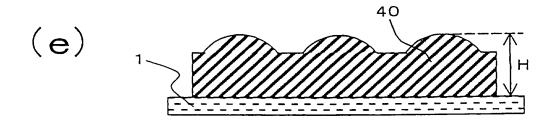




HIS PAGE BLANK

第5図





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP98/03817

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁶ B32B27/00, G11B7/24, G02B3/00, 5/08			
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC			
B. FIELDS SEARCHED			
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.C1 ⁶ B32B1/00-35/00, G11B7/24-7/26, G02B3/00-3/14, 5/00-5/32			
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1926-1998 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-1998 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-1998 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-1998			
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)			
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category* Citation of document, with indication, where ap	propriate, of the relevant passages Relevant to claim No.		
A JP, 4-47541, A (Nippon Sheet 17 February, 1992 (17. 02. 9 All references & US, 523471	2),		
Further documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex:		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed Date of the actual completion of the international search 19 November, 1998 (19. 11. 98)	considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination		
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Authorized officer			
Faminita Na	Telephone No		

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP98/03817

A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int. Cl° B32B27/00、G11B7/24、G02B3/00、5/08			
B. 調査を行った分野			
調査を行った最小限資料(国際特許分類 (IPC)) Int. Cl° B32B1/00-35/00、G11B7/24-7/26、G02B3/00-3/14、5/00-5/32			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926 - 1998 年 日本国公開実用新案公報 1971 - 1998 年 日本国実用新案登録公報 1996 - 1998 年 日本国登録実用新案公報 1994 - 1998 年			
国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連する。	ときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
A JP, 4-47541, A (日本板社 1992 (17.02.92), 全社 A	硝子株式会社), 1 7. 2 月. 文献&US, 5 2 3 4 7 1 7,	1 — 1 6	
□ C欄の続きにも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別	紙を参照。	
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの 「E」先行文献ではあるが、国際出願日以後に公表されたも の 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理 論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 19.11.98 	国際調査報告の発送日 ①1.12	2.98	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員) 野村 康秀 電話番号 03-3581-1101	5 4F 9633 内線 3431	

THE BLANK USETO